

10/525477 FCT/FRANTO 24725 2005

# BREVET D'INVENTION

# **CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION**

### **COPIE OFFICIELLE**

REC'D 19 DEC 2003

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

DOCUMENT DE PRIORITÉ

PRÉSENTÉ OU TRANSMIS CONFORMÉMENT À LA RÈGLE 17.1.a) OU b) Pour le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle Le Chef du Département des brevets

Martine PLANCHE

INSTITUT
NATIONAL DE
LA PROPRIETE

SIEGE 26 bts, rue de Saint Petersbourg 75800 PARIS cedex 08 Téléphone : 33 (0)1 53 04 53 04 Télécopia : 33 (0)1 53 04 45 23 www.lnpl.fr

Best Available Copy







Code de la propriété intellectuelle - Livre VI

26 bis, rue de Saint Pétersbourg 75800 Paris Cedex 08 Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 94 86 54

#### REQUÊTE EN DÉLIVRANCE 1/2

|   | Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire 08 540 W/260899   |  |  |  |  |
|---|---|--|--|--|--|
| REMISE DES PIÉCES DATE 4 9 507. 2002  | NOM ET ADRESSE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE À QUI LA CORRESPONDANCE DOIT ÊTRE ADRESSÉE   |  |  |  |  |
| N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI DATE DE DÉPÔT ATTRIBUÉE PAR L'INPI  1 9 SEP. 2002    | Madame Claudine BONNEL ATOFINA Département Propriété Industrielle 4-8, cours Michelet - La Défense 10 92091 PARIS LA DEFENSE CEDEX FRANCE             |  |  |  |  |
| Vos références pour ce dossier<br>(facultatif) AM 1885 - CBL/db                                       | *   |  |  |  |  |
| Confirmation d'un dépôt par télécopie   | N° attribué par l'INPI à la télécopie   |  |  |  |  |
| 2 NATURE DE LA DEMANDE  | Cochez l'une des 4 cases suivantes  |  |  |  |  |
| Demande de brevet   | X   |  |  |  |  |
| Demande de certificat d'utilité   |   |  |  |  |  |
| Demande divisionnaire   |   |  |  |  |  |
| Demande de brovet iniliale  | N° Date   |  |  |  |  |
| ou demande de certificat d'utilité initiale   | N° Date   //  |  |  |  |  |
| Transformation d'une demande de<br>brevet européen Demande de brevet inttiale                         | No Date ! _/  |  |  |  |  |
| DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE | Pays ou organisation  Date  /   N°  Pays ou organisation  Date  /   N°  Pays ou organisation  |  |  |  |  |
| DEMANDE HATEKIEURE FRANÇAISE  | Date 1 _ / / N°   |  |  |  |  |
|   | S'il y a d'autres priorités, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»  S'll y a d'autres demandeurs, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite» |  |  |  |  |
| 5 DEMANDEUR   |   |  |  |  |  |
| Nom ou dénomination sociale   | ATOFINA   |  |  |  |  |
| Prénoms   |   |  |  |  |  |
| Forme Juridique   | SA  |  |  |  |  |
| N° SIREN  | , 3 . 1 . 9 . 6 . 3 . 2 . 7 . 9 . 0   |  |  |  |  |
| Code APE-NAF  |   |  |  |  |  |
| Rue   | 4-8, cours Michelet   |  |  |  |  |
| Code postal et ville  | 92800 PUTEAUX   |  |  |  |  |
| Pays  | FRANCE  |  |  |  |  |
| Nationalité   | FRANCAISE   |  |  |  |  |
| N° de téléphone (facultatif)  | 01.49.00.80.80  |  |  |  |  |
| N° de télécopie (facultatif)  | 01.49.00.80.87  |  |  |  |  |
| Adresse électronique (facultatif)   | claudine.bonnel@atofina.com   |  |  |  |  |



## BREVET D'INVENTION CERTIFICAT D'UTILITÉ



-requê<del>te</del>-en-délivrange<del>--2/2-</del>

|                               | Réservé à l'INPI  | 040                             | 7   |  |  |  |  |  |
|-------------------------------|---|---------------------------------|---|--|--|--|--|--|
| remise des pièces<br>Date     |   | WUZ                             |   |  |  |  |  |  |
| JEU (                         | . 0.2116  | 105                             |   |  |  |  |  |  |
| O'ENREGISTREMENT              |   | 75                              |   |  |  |  |  |  |
| KATIONAL ATTRIBUÉ PA          | R L'INPI  | 43                              |   | DB 540 W /26089  |  |  |  |  |
| los références<br>facultatif) | pour ce dossier :                                       |                                 |   |  |  |  |  |  |
| i mandatai                    | RE  |                                 |   |  |  |  |  |  |
| Nom                           |   |                                 |   |  |  |  |  |  |
| Prénom                        |   |                                 |   |  |  |  |  |  |
| Cabinet ou S                  | Cabinet ou Société                                      |                                 | ATOFINA   |  |  |  |  |  |
| N °de pouvo<br>de lien contr  | ir permanent et/ou<br>actuel                            | 10633                           |   |  |  |  |  |  |
| Adresse                       | Adresse Rue   |                                 | DRDC / DPI<br>4-8, cours Michelet - La Défense 10 |  |  |  |  |  |
|                               | Code postal et ville                                    | 92091 PA                        | RIS LA DEFENSE CEDE                               | EX   |  |  |  |  |
|                               | one (facultatif)  | 01 49 00 80 80                  |   |  |  |  |  |  |
|                               | pie (facultatif)  | 01 49 00 80 87                  |   |  |  |  |  |  |
| Adresse élec                  | tronique (facultatif)                                   | claudine.bonnel@                | Datofina.com                                      |  |  |  |  |  |
| MVENTEUR                      | R (S)   |                                 |   |  |  |  |  |  |
| Les inventeu                  | rs sont les demandeurs                                  | Oul  Non Dans                   | e cas fournir une désigna                         | ation d'inventeur(s) séparée   |  |  |  |  |
| 🗿 RAPPORT I                   | DE RECHERCHE  | Uniquement po                   | ur une demande de breve                           | t (y compris division et transformation)   |  |  |  |  |
|                               | Établissement immédiat<br>ou établissement différé      | K                               |   |  |  |  |  |  |
| Paiement éc                   | chelonné de la redevance                                | Palement en tro<br>Oul<br>X Non | ois versements, uniqueme                          | ent pour les personnes physiques   |  |  |  |  |
| RÉDUCTION DES REDEV           |   | Requise pour Requise antér      | ·   | nvention (joindre un avis de non-imposition)<br>dre une copie de la décision d'admission |  |  |  |  |
|                               | z utilisé l'imprimé «Suite»,<br>nombre de pages jointes |                                 |   |  |  |  |  |  |
| OU DU MA                      | ralité du signataire)<br>Claudine<br>AIRE               | 30                              |   | VISA DE LA PRÉFECTURE<br>OU DE L'INPI  |  |  |  |  |

La loi n°78-17 du 6 janvier 1978 relative à l'informatique, aux fichiers et aux libertés s'applique aux réponses faites à ce formulaire. Elle garantit un droit d'accès et de rectification pour les données vous concernant auprès de l'INPI.

#### DESCRIPTION

# TRAITEMENT PESTICIDE DES DENRÉES STOCKÉES, ENCEINTES, STRUCTURES ET ŒUVRES D'ART AVEC DES COMPOSÉS SOUFRÉS

5

10

La présente invention concerne le domaine du traitement pesticide des denrées stockées, des enceintes et structures, et des œuvres d'art et a plus particulièrement pour objet un traitement pesticide par nébulisation à l'aide de composés soufrés.

Actuellement, le traitement pesticide des denrées stockées, enceintes, structures et œuvres d'art, est effectué essentiellement selon deux techniques :

- La fumigation, utilisant en particulier le bromure de méthyle (BM) et la phosphine (PH<sub>3</sub>) qui agissent à l'état gazeux sur la chaîne respiratoire des organismes visés,
- Les traitements dits « de contact », utilisant par exemple des insecticides organophosphorés, en particulier le dichlorvos, qui agissent à l'état condensé directement sur les organismes visés.

15

20

Le bromure de méthyle (BM) présente à l'état gazeux d'excellentes propriétés nématicide, fongicide, insecticide et bactéricide. Malheureusement, ce composé contribue à l'appauvrissement de la couche d'ozone et, conformément à l'accord de Montréal (1992), il ne devra plus être utilisé en 2005 dans les pays industrialisés. La phosphine (PH<sub>3</sub>) présente des inconvénients majeurs comme sa toxicité, la durée des traitements et la corrosion des équipements dans lesquels ce composé est mis en œuvre (Pest Control (1999) Vol. 67 (1) p. 46).

25

Par ailleurs, les composés organophosphorés ont un spectre d'activité réduit à leur action insecticide et sont générateurs de résidus toxiques. En outre, comme ils n'agissent que par contact directement avec les organismes visés, ils ne peuvent atteindre les formes dites cachées de ces organismes; aussi, les œufs et les larves des insectes situés à l'intérieur des grains de blé ou de maïs ne sont pas tués par l'insecticide. Ce type de traitement est nettement moins efficace.

30

Il apparaît donc un besoin urgent de proposer aux utilisateurs des solutions alternatives efficaces et les plus respectueuses possibles de l'environnement. Des exemples de produits fumigants en développement pour ces applications sont connus et sont décrits dans différents articles, notamment dans World Grain, Feb. 2001 p. 28-30 et

Crop Prot (2000) 19 (8-10) p. 577-582); mais les solutions envisagées présententégalement des inconvénients majeurs comme leur coût élevé (iodure de méthyle), leur faible disponibilité (oxysulfure de carbone) ou leur toxicité (fluorure de sulfuryle).

Une autre famille de composés, les produits soufrés issus des effluves de certains végétaux, par exemple les Allium, est également connue pour son activité pesticide et répulsive et a déjà fait l'objet de nombreuses publications (Ecologie (1994) 25(2), p93-101, Ed. Tec. et Doc., Biopesticides d'origine végétale (2002) p77-95, Insect Sci. Applic. (1989)10(1), p49-54, Pestic. Sci. (1999), Vol 55, p197-218). L'utilisation de ces composés soufrés comme fumigants dans l'application principale envisagée, le traitement des denrées stockées, n'a pu être réalisée qu'avec une technique bien particulière qui est décrite dans la demande de brevet FR-A-2 779 615 déposée en 1997 : la circulation de gaz en boucle dans un silo étanche au moyen d'une pompe. En effet, il est essentiel qu'un fumigant pour le traitement des denrées stockées diffuse rapidement sous la forme gaz dans la masse à traiter. Or, il a été démontré par la demanderesse que ces produits soufrés diffusent trop lentement de manière spontanée dans une masse de grains, entraînant des différences importantes de concentration en gaz à l'intérieur de cette masse et donc une inefficacité du traitement. La solution proposée dans la demande de brevet précédemment citée, consistant à entraîner le gaz actif dans un flux d'air ou d'air enrichi en CO2 est une technique coûteuse, non disponible sur la plupart des installations existantes et difficilement applicable en raison du manque d'étanchéité de la majorité des installations de stockage de denrées.

10

15

20

25

30

Il a maintenant été trouvé que les composés soufrés de formule générale :

$$\begin{array}{ccc}
R - S - S_x - R' & (I) \\
\binom{\parallel}{O}_n
\end{array}$$

dans laquelle R représente un radical alkyle ou alcényle contenant de 1 à 4 atomes de carbone, n est égal à 0, 1 ou 2, x est un nombre allant de 0 à 4, et R' représente un radical alkyle ou alcényle contenant de 1 à 4 atomes de carbone ou, seulement si n = x = 0, un atome d'hydrogène sont des fumigants particulièrement intéressants pour le traitement des denrées stockées lorsqu'ils sont appliqués par nébulisation comme les insecticides de contact. La présente invention a donc pour objet un traitement pesticide des denrées stockées, caractérisé en ce que l'on applique par nébulisation au moins un

composé soufré volatil de formule (I). Les composés soufrés de formule (I) sont tous suffisamment volatils pour passer rapidement dans les conditions habituelles de température et de pression, de l'état liquide à l'état gazeux dans lequel ils sont actifs. La technique de nébulisation présente l'avantage d'appliquer les composés soufrés directement à l'endroit où ils doivent agir, ce qui résout le problème de leur diffusion spontanée trop lente dans la masse à traiter. De plus, elle peut être utilisée dans des installations d'étanchéité imparfaite et dans les équipements existants destinés à l'application des insecticides de contact.

5

10

15

20

25

30

Les composés soufrés de formule (I) présentent non seulement des propriétés pesticides vis à vis des insectes, champignons, bactéries, virus, nématodes, arachnides et rongeurs mais aussi des propriétés répulsives vis à vis des insectes, arachnides et rongeurs.

Ils conviennent donc parfaitement bien pour le traitement pesticide et/ou répulsif des denrées stockées sèches ou humides, telles que le blé, le maïs, le riz, les pommes, les fruits secs et les produits transformés secs comme par exemple les aliments pour animaux, des enceintes et structures, telles que les silos, le bois d'œuvre, les structures en bois dont celles utilisées pour la culture des champignons, y compris les traitements de quarantaine. L'invention concerne aussi les composés de formule (I) appliqués par nébulisation pour le traitement pesticide et/ou répulsif des œuvres d'art et autres objets de valeur issus de produits végétaux ou animaux, telles que par exemple les peintures, sculptures et tissus.

Comme substituts au bromure de méthyle, les composés de formule (I) sont d'autant plus intéressants que certains sont déjà présents dans la nature en provenance de la dégradation naturelle des crucifères et des alliums. En particulier, les thiosulfinates, inclus dans la formule générale (I), sont des produits émis naturellement lorsque I'on broie des alliums et, à ce titre, peuvent être utilisés en agriculture biologique pour le traitement des denrées stockées. D'autre part, ne contenant pas d'atomes d'halogène générateurs de radicaux halogénés responsables de la destruction catalytique de l'ozone stratosphérique, les composés de formule (I) sont sans danger pour la couche d'ozone.

Comme exemples non limitatifs de radicaux R et R', on peut citer les radicaux méthyle, propyle, allyle et 1-propényle. Parmi les composés de formule (I), on préfère

les composés pour lesquels n = 0. D'autres composés préférés sont les disulfures (n = 0, x = 1) et plus particulièrement le diméthyldisulfure (DMDS).

Les composés de formule (I) peuvent être utilisés à l'état pur ou sous diverses formes qui, selon la nature du composé (I), peuvent être une émulsion aqueuse, une microémulsion, un produit microencapsulé, une solution dans l'eau ou dans un solvant organique, Toutes ces formulations peuvent être réalisées selon des méthodes bien connues de l'homme du métier.

Les solvants organiques utilisables pour dissoudre les composés de formule (I) selon l'invention sont les hydrocarbures, les alcools, les éthers, les cétones, les esters, les solvants halogénés, les huiles minérales, les huiles naturelles et leurs dérivés ainsi que les solvants polaires aprotiques tels que le diméthylformamide, le diméthylsulfoxide ou la N-méthylpyrrolidone. Conviennent particulièrement bien les solvants biodégradables, plus particulièrement les esters méthyliques des huiles de colza et de soja.

10

15

20

25

30

Les composés de formule (I) sont appliqués, sous les formes décrites précédemment selon la méthode connue par l'homme de l'art pour les insecticides de contact, par nébulisation du produit pur ou formulé directement sur le matériel à traiter, dans une atmosphère d'air pur ou d'air enrichi en CO<sub>2</sub>.

Les doses de composés (I) à utiliser pour obtenir l'effet désiré doivent atteindre un objectif en terme de CT, c'est-à-dire du produit de la concentration C en matière active dans l'air et du temps T pendant lequel on laisse le produit agir. Le produit CT indique la dose cumulée de composé actif à laquelle sont soumis les organismes pathogènes pendant le traitement. L'objectif est d'atteindre une valeur de produit CT, dite CT létal, correspondant à la destruction totale des organismes visés. Pour un traitement optimal, la valeur du produit CT létal doit être atteinte le plus rapidement possible et de façon la plus homogène possible dans la masse ou sur le matériau à traiter; ceci est obtenu grâce la méthode d'application par nébulisation du composé.

Les CT létaux se situent généralement entre 20 et 200 ghm<sup>-3</sup> et dépendent de la nature du composé (I), du niveau d'infestation, de la nature de l'organisme visé, du type de matériel à traiter, de la ventilation des enceintes.

Une fois l'effet létal obtenu, le produit (I) est éliminé par ventilation et ne génère donc aucun résidu sur le matériel à traiter.

Les exemples suivants illustrent l'invention sans la limiter.

#### Exemple 1 (comparatif)

Dans cet exemple, on utilise comme composé de formule (I) le diméthyldisulfure (DMDS) et on étudie sa diffusion spontanée dans un silo de grains de blé.

#### 5 Matériel et méthode:

Température: 20 °C

Dimension du silo:

- hauteur totale: 80 cm

- diamètre: 46 cm

10 - volume total: 130 l

- taux de remplissage: 80 % soit 79 kg de blé

- hauteur de grains : 72 cm

On dépose le DMDS pur à une concentration de 30gm<sup>-3</sup> à la surface des grains à l'aide d'une seringue.

On mesure ensuite par chromatographie en phase gazeuse en fonction du temps (en heures) les concentrations en DMDS sous la forme gazeuse à la surface du silo de grains de blé où est introduit le DMDS (point A: 0 cm), ainsi qu'à 36 cm en-dessous du niveau des grains dans le silo (point B: - 36 cm) et à l'extrémité inférieure du silo (point C: - 72 cm).

On détermine les produits CT des concentrations C de DMDS par les temps de mesure T aux différents points de mesure sur une durée de 3 jours. On trouve ainsi les valeurs de CT en ghm<sup>-3</sup> indiquées dans le tableau 1.

#### Tableau 1

25

20

|                  |     | CT  |    |
|------------------|-----|-----|----|
| Temps<br>(jours) | А   | В   | С  |
| 1                | 542 | 46  | 4  |
| 2                | 630 | 80  | 14 |
| 3                | 821 | 180 | 62 |

Les produits CT du DMDS ne sont pas homogènes dans toute l'épaisseur du silo, même après un long temps de séjour. Les conditions d'application du DMDS dans cet exemple ne permettent pas d'obtenir une diffusion spontanée suffisamment rapide du fumigant.

#### Exemple 2

Cet exemple qui n'utilise pas l'application par nébulisation, permet d'obtenir un gradient de concentration sur la hauteur de l'enceinte et de déterminer ainsi les valeurs de produit CT létal dans un silo de grains de blé infestés des deux organismes pathogènes habituellement reconnus comme ravageurs principaux des denrées stockées. Ces deux organismes sont Sitophilus Granarius et Sitophilus Orizae.

#### Matériel et méthode

10 Température : 20 °C

Dimension du silo:

- hauteur totale: 40 cm

- volume total: 3,31

- taux de remplissage: 75 % soit une hauteur de grains d'environ 33 cm

On dépose 99 mg de DMDS pur à la surface des grains à l'aide d'une seringue.

Les échantillons prélevés sont constitués de ballots de 50 g de blé contenant tous les stades de développement des organismes pathogènes. A l'issue du dégazage par aération du silo aux temps T, les ballots de blé sont tamisés et les adultes sont comptabilisés juste après le tamisage (J+0) et après 14 jours (J+14). Le blé renfermant les autres stades de développement est ensuite observé durant 5 semaines.

On détermine les produits CT des concentrations C de DMDS par les temps de mesure T et l'on suit en fonction de ces produits CT l'efficacité du traitement vis à vis des 2 organismes pathogènes étudiés pour tous les stades de développement. Les résultats sont exprimés :

25

20

- en pourcentage de mortalité des adultes aux temps (J+0) et (J+14).
- en pourcentage de réduction d'émergence nette (% REN) par rapport à un lot témoin non traité pour les différents stades de développement de ces organismes (c'est à dire œufs et 2ème génération, œufs et larves I° stade, larves 1° et II° stades, larves III° et IV° stades, larves IV° stade et nymphes), qui correspond à la formula primeter.

30 IV° stade et nymphes), qui correspond à la formule suivante :

% REN = (Nombre d'insectes émergés vivants du lot témoin - Nombre d'insectes émergés vivants du lot traité) / (Nombre d'insectes émergés vivants du lot témoin).

#### A - Cas de Sitophilus Granarius

Les résultats sont rassemblés dans le tableau 2.

#### Tableau 2

5

10

15

|       |     | ortalité<br>dultes                    | % REN pour les différents stades du lot traité au DMDS     |        |     | Total                          |                                |                                     |                                |       |
|-------|-----|---------------------------------------|--|--------|-----|--------------------------------|--------------------------------|-------------------------------------|--------------------------------|-------|
| CT    | J+0 | J+14                                  | Oeufs et<br>2°<br>génération                               | Larves |     | Larves II°<br>et III°<br>stade | Larves<br>III° et IV°<br>stade | Larves<br>IV° stade<br>et<br>Nymphe | Nbre d'<br>insectes<br>émergés | % REN |
| 5.8   | 0   | 8                                     | 13   | 41     | 20  | 13                             | 3                              | 21                                  | 202                            | 25    |
| 6.1   | 3   | 9                                     | 33   | 5      | 80  | 16                             | 19                             | 54                                  | 208                            | 23    |
| 15.0  | 64  | 93                                    | 25   | 54     | 88  | 71                             | 26                             | 75                                  | 126                            | 54    |
| 26.9  | 92  | 92                                    | 20   | 79     | 88  | 94                             | 65                             | 92                                  | 75                             | 72    |
| 50.5  | 100 | 100                                   | 93   | 100    | 100 | 100                            | 97                             | 100                                 | 4                              | 99    |
| 88.4  | 100 | 100                                   | 95   | 100    | 100 | 100                            | 100                            | 100                                 | 2                              | 99    |
| 160.4 | 100 | 100                                   | 100  | 100    | 100 | 100                            | 100                            | 100                                 | . 0                            | 100   |
|       |     | · · · · · · · · · · · · · · · · · · · | Nombre d'insectes émergés vivants du lot témoin non traité |        |     |                                |                                |                                     |                                |       |
|       |     |                                       | 40   | 120    | 25  | 31                             | 31                             | 24                                  | 271                            |       |

Le tableau 2 montre qu'un produit CT de 160 gh.m<sup>-3</sup> aboutit à une mortalité de 100 % pour tous les stades de développement de Sitophilus Granarius et que, dès les valeurs de CT supérieures à 50 gh.m<sup>-3</sup>, on obtient 100 % de mortalité pour la majorité des stades. L'efficacité pesticide du DMDS vis à vis de l'organisme pathogène Sitophilus Granarius est évaluée en terme de produit CT à environ 100 ghm<sup>-3</sup> (CT utile).

#### B - Cas de Sitophilus Orizae

Dans les mêmes conditions d'essais, cette fois sur les organismes de type Sitophilus Orizae, on obtient des résultats similaires. L'efficacité pesticide du DMDS vis à vis de l'organisme pathogène Sitophilus Orizae est évaluée en terme de produit CT à environ 100 ghm<sup>-3</sup> (CT utile).



#### Exemple 3

Dans cet exemple, on utilise du DMDS formulé en solution à 30% dans un ester méthylique d'huile de colza (Radia <sup>®</sup>7961 fourni par la société OLEON). Son efficacité est étudiée dans un silo de grains de blé en suivant son adsorption sur les grains en fonction du temps après son application par nébulisation.

#### Matériel et méthode

Température: 20°C

Enceinte:

10

15

20

- volume total: 31

- hauteur totale: 28 cm

- remplissage de 1 kg de grains de blé, soit une hauteur de 15 cm

On introduit 90 mg de DMDS pur en solution dans 210 mg de Radia<sup>®</sup>7961 par 2 pulvérisations successives au moyen d'un nébulisateur. L'enceinte est immédiatement agitée mécaniquement de manière à homogénéiser rapidement la concentration en gaz dans la masse traitée.

Les concentrations en DMDS dans l'atmosphère de l'enceinte sont suivies pendant 5 jours par analyse SPME-CG-SM, La figure 1 illustre la concentration de DMDS dans l'atmosphère de l'enceinte en fonction du temps pendant les 30 premières heures. On observe que la concentration en DMDS dans l'atmosphère de l'enceinte diminue régulièrement au cours des 5 premières heures pour atteindre la valeur de 3gm<sup>-3</sup> qui reste constante ensuite durant les 5 jours. Le produit CT utile de 100 ghm<sup>-3</sup> correspondant à une efficacité optimale du DMDS, est atteint après 30 heures de traitement dans les conditions d'application de l'invention.

25

#### REVENDICATIONS

1. Traitement pesticide des denrées stockées, des enceintes, des structures et des œuvres d'art, caractérisé en ce que l'on applique par nébulisation au moins un composé soufré volatil de formule générale :

$$\begin{array}{c}
R-S-S_{x}-R' \\
\binom{\parallel}{O}_{n}
\end{array}$$

dans laquelle R représente un radical alkyle ou alcényle contenant de 1 à 4 atomes de carbone, n est égal à 0, 1 ou 2, x est un nombre allant de 0 à 4, et R' représente un radical alkyle ou alcényle contenant de 1 à 4 atomes de carbone ou, seulement si n = x = 0, un atome d'hydrogène.

- 2. Traitement selon la revendication 1, caractérisé en ce que les radicaux R et R' du ou des composé(s) de formule (I) sont choisis parmi les radicaux méthyle, propyle, allyle et 1-propényle.
- 3. Traitement selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que le nombre n du ou des composé(s) de formule (I) est égal à zéro.

. ....

- 4. Traitement selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que le composé soufré est un disulfure.
  - 5. Traitement selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que le composé soufré est le DMDS.
  - 6. Traitement selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que le composé soufré est appliqué par nébulisation sous la forme d'une émulsion aqueuse, d'une microémulsion ou d'une solution dans un solvant biodégradable.

25

5

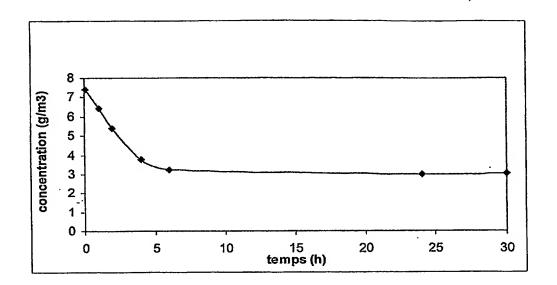
10

15

7. Traitement selon l'une des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que le produit CT de la concentration en composé soufré appliqué et du temps pendant lequel on laisse agir le composé, pour obtenir une destruction totale des organismes visés, est compris entre 20 et 200 ghm<sup>-3</sup>.

5

Figure 1





#### BREVET D'INVENTION

#### CERTIFICAT D'UTILITÉ





DÉPARTEMENT DES BREVETS

26 bis, rue de Saint Pétersbourg 75800 Paris Cedex 08

DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S) Page N° 1../ J... (Si le demandeur n'est pas l'inventeur ou l'unique inventeur)

Téléphone: 01 53 04 53 04 Télécopie: 01 42 93 59 30 Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire DB 113 W /260S99 AM 1885 - CBL/db Vos références pour ce dossier (facultatif) N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum) TRAITEMENT PESTICIDE DES DENREES STOCKEES, ENCEINTES, STRUCTURES ET OEUVRES D'ART AVEC DES **COMPOSES SOUFRES** LE(S) DEMANDEUR(S): **ATOFINA** 4-8, cours Michelet 92800 PUTEAUX FRANCE DESIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) : (Indiquez en haut à droite «Page N° 1/1» S'Il y a plus de trois inventeurs, utilisez un formulaire identique et numérotez chaque page en indiquant le nombre total de pages). Nom AUBERT Prénoms Thierry 24, rue de Suède Rue Adresse 64000 Code postal et ville PAU Société d'appartenance (facultatif) **AUGER** Nom Prénoms Jacques 17 bis, rue des la Morellerie Rue Adresse Code postal et ville 37250 **VEIGNE** Société d'appartenance (facultatif) Nom Prenoms Rue Adresse Code postal et ville Société d'appartenance (facultatif) DATE ET SIGNATURE(S) DU (DES) DEMANDEUR(S) **OU DU MANDATAIRE** (Nom et qualité du signataire) **BONNEL Claudine MANDATAIRE** 19 septembre 2002

La loi n°78-17 du 6 janvier 1978 relative à l'informatique, aux fichiers et aux libertés s'applique aux réponses faites à ce formulaire. Elle garantit un droit d'accès et de rectification pour les données vous concernant auprès de l'INPI.

FR0302725

# This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record

# **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

| <b>☒</b> BLACK BORDERS                                |
|---|
| IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES                 |
| ☐ FADED TEXT OR DRAWING                               |
| ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING                |
| ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES                               |
| ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS                |
| GRAY SCALE DOCUMENTS                                  |
| ☑ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT                 |
| REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY |
| □ OTHER:  |

# IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.